

DERWENT-ACC-NO: 1994-269708  
DERWENT-WEEK: 199433  
COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Purificn. of natural crude wax, ensuring effective removal of undesired ingredients - by adding specified amt. of solvent(s) to crude wax contg. insol. high density material, heating to wax m.pt., cooling and sepg. then recovering wax solid portion

PATENT-ASSIGNEE: NIPPON PETROCHEMICALS CO LTD[NIPE]

PRIORITY-DATA: 1992JP-0360207 (December 28, 1992)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	
MAIN-IPC				
JP 06200289 A	July 19, 1994	N/A	006	C11B
011/00				

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
JP06200289A	N/A	1992JP-0360207	December 28, 1992

INT-CL\_(IPC): C11B011/00

ABSTRACTED-PUB-NO: JP06200289A

BASIC-ABSTRACT: Process involves (I) adding 3-30 fold amts. of a solvent(s) to a crude wax added with an insol high-density material, heating the mixt. to m.pt. of the wax at +/- 29 deg. C, cooling to ppte the wax and sepg. and recovering the wax solid portion by solid-liq. sepg. operation so as to obtain a solvent content in the wax solid portion of 50-90%.

Process (II) involves adding 3-20-fold amts. of a solvent(s) to the wax solid portion from (I), heating the mixt. to m.pt. of wax at +/- 20 deg. C and sepg. the insol solvent contg. the insol. high-density material by a solid-liq. sepg. operation while keeping the mixt. at the temp. and a process (III) of removing the solvent from the wax soln. from (II).

Pref. the wax is the crude wax extracted from sugar cane. Pref. the insol high-density material consists of granules of grain sizes of 0.1 micron to 10 mm having a function of adsorbing pigments in the wax and/or neutralising the acidic matter in the wax. Pref. the solvent is a 1-4C alcohol(s).

ADVANTAGE - Methods ensures effective removal of undesired ingredients in the wax, providing a high-quality wax.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0

TITLE-TERMS:

PURIFICATION NATURAL CRUDE WAX ENSURE EFFECT REMOVE UNDESIRABLE INGREDIENT ADD SPECIFIED AMOUNT SOLVENT CRUDE WAX CONTAIN INSOLUBLE HIGH DENSITY MATERIAL HEAT WAX COOLING SEPARATE RECOVER WAX SOLID PORTION

JPAB

CLIPPEDIMAGE= JP406200289A

PAT-NO: JP406200289A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 06200289 A

TITLE: METHOD FOR PURIFYING NATURAL CRUDE WAX

PUBN-DATE: July 19, 1994

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

ARAI, YUTAKA

FUJIMURA, KOJI

FUSANO, TOSHIHARU

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

NIPPON PETROCHEM CO LTD

N/A

APPL-NO: JP04360207

APPL-DATE: December 28, 1992

INT-CL (IPC): C11B011/00

US-CL-CURRENT: 554/208

ABSTRACT:

PURPOSE: To effectively remove unnecessary ingredients from a natural crude wax by adding a given amount of a solvent to the wax, heating the mixture to around the melting point of the wax to dissolve the wax, cooling the solution to precipitate a solid matter, and conducting solid-liquid separation so that the wax recovered has a given solvent content.

CONSTITUTION: A solvent (e.g. a 1-4C alcohol) is added to a crude wax (e.g. one obtained from sugar cane) in an amount of 3-30 times by weight. The mixture is heated to a temp. in the range of [melting point of the wax]  $\pm 20^{\circ}\text{C}$  to dissolve the wax. The solution is cooled to  $-10^{\circ}\text{C}$  to  $40^{\circ}\text{C}$  to precipitate a solid matter. The solid is separated from the liquid with a centrifugal separator, etc., so that the solvent

content of the solid becomes  
50-90%. A solvent is added to solid thus obtained in  
an amount of 3-20 times  
by weight, and the mixture is heated to a temp. in the  
range of [melting point  
of the wax]  $\pm 20^{\circ}\text{C}$  to dissolve the wax. The  
resulting  
solvent-insoluble matter containing an insoluble  
high-density substance is  
removed by solid-liquid separation at such a temp. The  
solvent is removed from  
the resulting wax solution by distillation, etc.

COPYRIGHT: (C)1994, JPO&Japio

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-200289

(43)公開日 平成6年(1994)7月19日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

C11B 11/00

識別記号

庁内整理番号

2115-4H

FI

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数5(全6頁)

(21)出願番号 特願平4-360207

(22)出願日 平成4年(1992)12月28日

(71)出願人 000231682

日本石油化学株式会社

東京都千代田区内幸町1丁目3番1号

(72)発明者 新井 裕

神奈川県川崎市中原区小杉御殿町1-1006

(72)発明者 藤村 耕治

神奈川県川崎市幸区東古市場105

(72)発明者 房野 俊治

神奈川県川崎市宮前区野川4062-10

(74)代理人 弁理士 前島 肇

(54)【発明の名称】 天然粗ワックスの精製方法

(57)【要約】 (修正有)

【目的】 新規な天然粗ワックスの精製方法を提供する。

【構成】 不溶性高密度物質を含む天然粗ワックスに3～30重量倍の溶剤を加え、ワックスの融点の上下20℃の温度範囲に加温することによりワックス分を溶解し、次いで冷却することによりワックス固形分を析出させ、回収したワックス固形分中の溶剤含有量が50～90%になるように固・液分離操作により該固形分を分離・回収する工程を有する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記工程(I) からなることを特徴とする天然粗ワックスの精製方法。

工程(I)： 不溶性高密度物質を含む天然粗ワックスに3～30重量倍の溶剤を加え、該ワックスの融点の上下20℃の温度範囲に加温することによりワックス分を溶解し、次いで冷却することによりワックス固形分を析出させ、回収したワックス固形分中の溶剤含有量が50～90%になるように固・液分離操作により該固形分を分離・回収する工程。

【請求項2】 下記工程(I)、工程(II)および工程(III) からなることを特徴とする天然粗ワックスの精製方法。

工程(I)： 不溶性高密度物質を含む天然粗ワックスに3～30重量倍の溶剤を加え、該ワックスの融点の上下20℃の温度範囲に加温することによりワックス分を溶解し、次いで冷却することによりワックス固形分を析出させ、回収したワックス固形分中の溶剤含有量が50～90%になるように固・液分離操作により該固形分を分離・回収する工程、

工程(II)： 工程(I) で得たワックス固形分に3～20重量倍の溶剤を加え、ワックスの融点の上下20℃の温度範囲に加温することによりワックス分を溶解し、該温度範囲に保持しながら固・液分離操作により溶液から不溶性高密度物質を含む溶剤不溶解分を分離・除去する工程、および

工程(III)： 工程(II) で得たワックス溶液から溶剤を除去することにより精製ワックスを分離・回収する工程。

【請求項3】 前記天然粗ワックスが砂糖黍から抽出されたワックスである請求項1または2に記載の天然粗ワックスの精製方法。

【請求項4】 前記不溶性高密度物質が、粒径0.1μm～10mmの粒状物質からなり、ワックス中の着色成分を吸着する機能を有するもの、またはワックス中の酸性物質を中和する機能を有するものであることを特徴とする請求項1または2に記載の天然粗ワックスの精製方法。

【請求項5】 前記溶剤が炭素数1から4のアルコールであることを特徴とする請求項1から4のいずれかに記載の天然粗ワックスの精製方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は天然粗ワックスの精製方法に関する。更に詳しくは天然粗ワックスを溶剤を用いて精製し、各種ワックスの用途分野において適したワックス材料とするための天然粗ワックスの精製方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 従来、天然粗ワックスの精製方法として

は、溶剤を用いて溶解し、更にこれを濾過することにより天然粗ワックスが含有する樹脂分を除去したり（特開平2-279794号公報）、粗ワックスを一旦有機溶剤に溶解してから冷却してワックス分を析出させ、これを単に濾過した後、濾取したワックス分を蒸留して溶剤を回収する方法（特開平2-150496号公報）などがあり、主として天然ワックスの中でも特徴のあるカルナウバワックスやキャンデリラワックスなどに応用されてきた。

## 10 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、上記従来法のように単純な濾過工程による方法では、各種天然粗ワックスが含有する不純物を十分に除去することは困難であるため、少なくとも2回以上、同じ精製工程を繰り返さざるを得なかった。ところが、天然粗ワックスの性質はその組成によって著しく変化するため、単純に溶剤に溶解して析出操作や濾過操作を行うのみでは、残留する不要成分の含有量を一定値以下に減少させることは困難である。従って、上記のような方法では均質なワックスが得られず、回収率や製品の品質に問題があった。

## 20

## 【0004】

【課題を解決するための手段】 かかる事情に鑑み、本発明者らは天然粗ワックスの精製処理過程において精製ワックスの性質を不安定にする有害な成分の特定およびそれらの有効な除去方法について鋭意検討を重ねた結果、不要な成分は天然粗ワックス中に含有される樹脂状成分、グリセライド類、遊離の不飽和脂肪酸分、遊離のステロール分、およびこれら脂肪酸とステロールの結合したステロールエステル分であることを見出し、かつ下記工程(I)を行った後に工程(II)を行うことにより効果的に上記不要成分を除去し得ることを見出して、均質な天然ワックスを工業的に製造する方法を確立し、本発明を完成するに至った。すなわち、本発明の第1は、下記工程(I) からなることを特徴とする天然粗ワックスの精製方法に関する。

## 30

工程(I)： 不溶性高密度物質を含む天然粗ワックスに3～30重量倍の溶剤を加え、同ワックスの融点の上下20℃の温度範囲に加温することによりワックス分を溶解し、次いで冷却することによりワックス固形分を析出させ、回収したワックス固形分中の溶剤含有量が50～90%になるように固・液分離操作により該固形分を分離・回収する工程。また、本発明の第2は下記工程

## 40

(I)、工程(II) および工程(III) からなることを特徴とする天然粗ワックスの精製方法に関する。

工程(I)： 不溶性高密度物質を含む天然粗ワックスに3～30重量倍の溶剤を加え、同ワックスの融点の上下20℃の温度範囲で加温することによりワックス分を溶解し、次いで冷却することによりワックス固形分を析出させ、回収したワックス固形分中の溶剤含有量が50～90%になるように固・液分離操作により該固形分を分

離・回収する工程、

工程(II): 工程(I)で得たワックス固形分に3~20重量倍の溶剤を加え、ワックスの融点の上下20℃の温度範囲に加温することによりワックス分を溶解し、同温度範囲に保持しながら固・液分離操作により溶液から不溶性高密度物質を含む溶剤不溶解分を分離・除去する工程、および

工程(III): 工程(II)で得たワックス溶液から溶剤を除去することにより精製ワックスを分離・回収する工程。

【0005】以下本発明を更に説明する。初めに天然粗ワックス中の不要成分について説明する。これらは上記のように樹脂状成分、グリセライド類、遊離の不飽和脂肪酸分、遊離のステロール分、およびこれら脂肪酸とステロールの結合したステロールエステル分となり、ワックスの結晶化を妨げて硬さを損なう。また、上記物質のうち低融点を有するものはワックス全体の融点を低下させる原因となる。不飽和結合を含有するものなど構造自体が熱や酸化性雰囲気等に対して不安定な成分は、ワックスの不安定性の原因となるものである。本発明の天然粗ワックスの精製方法は、植物系、動物系を問わず天然粗ワックスであればいずれにも適用できるものである。例えば砂糖黍ワックス、ビーズワックス、ライスワックス、カルナウバワックスおよびキャンデリラワックスなどの植物系ワックス；鯨ロウ、または羊毛ロウなどの動物系ワックスなど天然に産出して精製が必要な粗ワックスが例示される。なかでも本発明の方法が好適に採用されるワックスは植物系ワックスであり、更に好適には砂糖黍からの粗ワックスである。

【0006】ここで、砂糖黍粗ワックスの代表的な製法を示す。粗糖製造工程において砂糖黍を圧搾して絞り取った砂糖ジュースを静置すると、ジュース上部に主として繊維分と油脂分とからなる浮遊物が浮上してくる。これを汙過分離して得られるフィルターケーキを乾燥し、乾燥ケーキを得る。この乾燥ケーキに対して抽出溶媒として軽質有機溶剤、例えば炭化水素を用い抽出を行う。抽出が終了した後、直ちに汉過を行ない、汉過残渣を分離除去する。汉液を静置して下層の水層を分離し、溶剤層を蒸留して、溶剤を除去すれば砂糖黍粗ワックスが得られる。更に、砂糖黍の茎表面を掻き取り、温熱水浴あるいは有機溶剤で抽出して得られる砂糖黍粗ワックスを精製の対象とすることもできる。その他、精製を必要とする天然粗ワックスであればいずれのものに対しても本発明の精製法を適用することができる。

【0007】<工程(I)>本発明の天然粗ワックスの精製方法の工程(I)においては、天然粗ワックス中に含有される不要成分であるグリセライド類や遊離の不飽和脂肪酸分、遊離のステロール分、およびこれら脂肪酸とステロールの結合したステロールエステル分等がワックスの再結晶の際に結晶化し難いという性質を利用し

て、これら不要成分を溶剤中に溶解したままの状態です分に固・液分離することにより、ワックス中の不要成分を効果的に除去することができ、その結果非常に優れたワックスを得ることができる。

【0008】更に、本発明の特徴の1つとして、工程(I)を工程(II)に先立って行うことが挙げられる。上記のように、天然粗ワックス中には樹脂状成分がある程度含まれており、同成分はワックスを溶剤に溶解して静置すると自然に沈降することからわかるように、比重がワックス溶液よりも大きいものである。そこで天然粗ワックスに溶剤を加えてワックス分を均一に溶解し、樹脂状成分が溶解せずに懸濁している状態にしてから、そのままこれを緩速攪拌しながら冷却してワックス分を析出させることにより、樹脂状成分とワックス分の混合したワックス固形分の沈澱が形成される。このワックス固形分は樹脂状成分を含むために密度が大きく、溶液との密度差が樹脂状成分を含まない場合よりも大きくなる。また、樹脂状成分がワックス晶出の際の核となり、粒子の大きい結晶が得られる。このように溶液とワックス固形分とからなるスラリー液を固・液分離することにより、効果的に溶液とワックス固形分とに分離することができる。分離の方法としては、密度差を利用した沈降分離、特に遠心沈降分離が効果的であり、また、樹脂状成分を含むことにより結晶粒子が強固であるため、汉過分離、特に真空汉過や遠心汉過分離などを適用することができる。このようにしてワックス固形分と分離された溶液中には、ワックスの硬さを損なう不要成分が選択的に含まれており、分離回収したワックス固形分はハードワックスとしての性能が向上する。

【0009】しかしながら、上記樹脂状成分の含有量が少なすぎたり、あるいは精製分離を更に高度に行うことが必要である場合には、単に工程(I)を工程(II)に先立って行うのみでは不十分である。そのため、本発明の工程(I)においては、溶剤に不溶性の高密度物質を添加する。この不溶性の高密度物質は、上記樹脂状成分と同様な効果を発揮するものである。すなわち、同高密度物質はワックス晶出の際の核となり、粒子の大きい結晶を形成する。また溶液とワックス固形分とからなるスラリー液を固・液分離することにより、効果的に溶液とワックス固形分とに分離することができる。従って、たとえ粗ワックス中の樹脂状成分の含有量が少ない場合であっても、本発明の方法により溶剤に不溶性の高密度物質を添加すれば、効果的な精製が可能となる。

【0010】ここで添加する不溶性高密度物質は、ワックス固形分の密度を増加させるものであることが要求され、少なくともワックスと同等以上の密度を有することが必要である。このような不溶性高密度物質は、用いる溶剤に実質的に溶解せず、かつワックスも密度と同等以上の密度を有するものであればいずれのものも使用することができ、特に限定されない。またこの物質は、単な

る凝結剤あるいは凝集剤の役割のみならず媒晶剤としての働きも有するものである。

【0011】通常、不溶性高密度物質として無機物質を使用することができ、例えばアルミニウム、珪素、マグネシウム、カルシウム、バリウム、チタン、ジルコニウム等の金属の酸化物、塩化物、硫化物等、更に炭酸塩、硫酸塩等の塩類が例示される。いずれも粒径0.1 $\mu$ m～10mmのものが使用され、その添加量は0.1～50重量%の範囲である。上記不溶性高密度物質はワックス中の着色成分を吸着する機能を有するものでもよい。このような物質の例としては多孔質の金属酸化物などがあり、具体的には結晶性アルミノシリケートであるゼオライトなど、およびアルミナ、チタニア、ジルコニア、マグネシアなど吸着剤として従来公知の金属酸化物などが挙げられる。また、必要に応じて有機系の吸着剤や活性炭などを使用することもできるが、これらの物質がワックス溶液よりも大きい密度を持つように、更に添加物を加えるなどの処理が必要となる。更に、消石灰等のアルカリ性固形物などのように、ワックス中の酸性物質を中和する機能を併有するものであってもよい。以上の不溶性高密度物質は、少なくとも工程(I)においては安定にワックス固形物を形成し、工程(II)においては溶剤不溶解分としてワックスから分離され得るものである。

【0012】本発明の天然粗ワックスの精製方法の工程(I)においては、原料ワックスに3～30重量倍の溶剤を加え、加温してワックス分を溶解した後、これを冷却し、析出させたワックス固形分をワックス固形分中の溶剤含有量が50～90%になるように固・液分離することが必要である。ワックスを溶解する溶剤の量は、原料ワックスの重量に対して3～30倍量、より好ましくは5～20倍量を用いる。溶剤の量がワックスに対して3重量倍より少ない場合には、冷却により析出したワックスと溶剤との固・液分離が事実上困難となり、不要成分を分離することができない。また、溶剤は多く用いるほど不要成分の除去率は向上するが、同時にワックス成分の溶出量も多くなりワックス分の損失が増大するため、溶剤回収コストも考慮して実用的にはワックスに対して30重量倍が限界である。なお、供給するワックスが溶剤を含む場合には、含有される溶剤量も考慮して添加する溶剤量を決定する。従って、溶剤量が不足するときは別途に添加し、過剰の場合には適宜の方法、例えば蒸留などにより適量の溶剤量に調整して使用する。

【0013】工程(I)において、冷却によりワックス固形分を析出させる際の温度は常温付近が用いられるが、低ければ低いほどワックスの析出には有利である。しかし、ワックスに対する溶剤の溶解性にもよるが、温度が余り低すぎると不要成分が析出し、選択性が低下するため、通常は-10℃以上、好ましくは0℃以上の温度が用いられる。また、冷却の際の温度が高すぎるとワッ

ス固形分の析出が十分でなく、かつ析出したワックス固形分中に溶剤が包含されやすくなるため、冷却温度は40℃以下でなければならない。

【0014】上記工程(I)においては、原料ワックスを溶剤に溶解した後、冷却して析出させたワックス固形分を同固形分中の溶剤含有量が50～90%になるように固・液分離を行う。固・液分離後のワックス固形分中の溶剤含有量が90%より多い場合には、ワックスの性質を不安定にする不要成分が十分に除去されておらず、製品ワックスの品質が低下する。また、ワックス中の溶剤残留量は少なければ少ないほど好ましいが、装置等の実用条件を考慮すると50%が限界である。それ以上に溶媒を除去しようとするれば、精製のための時間およびコストが増大し、また均一な品質を得る目的からも好ましいものではない。実用上はワックス固形分中の溶剤含有量が60～80%の範囲になるように固・液分離操作を行なうとより好ましい結果が得られる。従って、本発明の天然粗ワックスの製造方法の工程(I)においては、原料ワックスに3～30重量倍、より好ましくは5～20重量倍の溶剤中で加温してワックス分を溶解した後、これを冷却して析出させたワックス固形分を、同固形分中の溶剤含有量が50～90%、好ましくは60～80%の範囲になるように固・液分離操作を行なう。

【0015】本発明の工程(I)において、原料ワックスを溶剤に溶解した後、冷却して析出させたワックス固形分を同固形分中の溶剤含有量が50～90%になるように固・液分離を行う方法としては、例えば通常の汙過操作で使用する吸引汙過等を用いることもできるが、上記の溶剤含有量に到達するにはかなりの時間を要することから、より強制的に固・液分離を行う方法が好ましい。具体的には、遠心汙過装置や遠心分離機など遠心力を用いて強制的に固形分と液体とを分離する装置、またはフィルタープレスやベルトプレス、スクリーンプレスなど圧力を加えて汙過する装置などを適用することが望ましい。

【0016】ところで、工程(I)から得られるワックスそのままではワックス固形分中に一部の樹脂状成分や別途に添加した溶剤に不溶の高密度物質が存在するため、更にこれらを除去する必要がある、このために次の工程(II)を行なう。しかしながら、精製ワックスの用途によっては、一部残留する樹脂状成分あるいは上記の別途に添加した溶剤に不溶な高密度物質などが存在しても特に障害にならない場合がある。このようなときには工程(II)を用いなくてもよい。ただし、工程(I)から得られるワックスはワックス中の溶剤含有量が50～90%であるため、例えば蒸留などの常法により溶剤を除去することにより精製ワックスとして使用することができる。

【0017】＜工程(II)＞本発明の天然粗ワックスの精製方法の工程(II)は、ワックスの融点付近において

ワックスは溶剤に均一に溶解し、これに対してワックス中に含有されている溶剤不溶解分、すなわち工程(I)で添加した不溶性高密度物質や粗ワックス中に含まれる樹脂状成分などは溶剤に溶解し難いという性質を利用するものであり、これによりワックス中の溶剤不溶解分を効果的に除去することができる。すなわち、本発明の工程(II)においては、原料ワックスに3~20重量倍の溶剤を加え、ワックスの融点の上下20℃の範囲内の温度に加熱することによりワックス分を溶解し、同温度に保持しながら固・液分離操作により溶剤不溶解分を除去する。ワックス中の溶剤不溶解分を効果的に除去するためには、溶剤の量を原料ワックスの重量に対して3~20倍の量にすることが肝要である。溶剤が3重量倍未満では効果的に不溶解分を分離することができず、また20重量倍を超えて加えても著しい効果は発揮されず、経済的に不利となる。実用上は、原料ワックスに5~10重量倍の溶剤を用いて不溶解分を除去することにより好ましい結果が得られる。供給するワックスがすでに溶剤を含む場合には、含有される溶剤も考慮して添加する溶剤量を決定する。すなわち、溶剤量が不足するときは別途に添加し、過剰の場合にはあらかじめ適宜の方法、例えば蒸留などにより適量の溶剤量に調整して使用する。

【0018】上記工程(II)においては、粗ワックスを溶剤に溶解する際、温度をワックスの融点の上下20℃の範囲に保持する。上記温度範囲で溶解を行う限り、ワックス分は溶剤に均一に溶解し、溶剤に不溶解性の固形分は安定な状態で溶液から分離することができる。溶解する温度がワックスの融点より20℃を超えて低い場合には、ワックス分も析出するため、溶剤不溶解分との分離が困難になる。また、融点より20℃を超えて高い温度で溶解を行うと、上記溶剤不溶解分中から不要成分が溶出する恐れがある上に、溶解しているワックスに過度な熱履歴を加える結果となり、好ましくない。

【0019】上記工程(II)において、原料ワックスをワックスの融点の上下20℃の範囲に保持しながら、溶剤不溶解分を除去する方法としては、従来公知の固・液分離方法を用いることができる。具体的には、通常の濾過操作や沈降分離などを用いることもできるが、操作を迅速かつ十分に行うためには、強制的に固・液分離を行う方法、例えば真空濾過、遠心分離、遠心濾過法等がより好ましい。

【0020】本発明の天然粗ワックスの精製方法の工程(I)および(II)において使用する溶剤は、一般にワックス類の溶剤精製に使用される溶剤であればいずれも好ましく使用できる。特に低級アルコールが選択性などの面で優れており、中でも炭素数が1から4のアルコールが好ましい。これらのアルコール類の例としては、メタノール、エタノール、1-プロパノール、2-プロパノール、1-ブタノール、2-ブタノール、およびtert-ブタノール等が挙げられる。上記工程(I)および(II)

I)において、それぞれ異なる溶剤を用いてもよく、また両工程で同一の溶剤を用いてもよい。

【0021】本発明の天然粗ワックスの精製方法においては、上記工程(I)を行った後に工程(II)を行なう。更に、工程(I)と(II)の中間や前後に、原料ワックスの性質や精製品に要求される品質などに応じ、他の精製方法、例えば水素化精製や吸着操作などを組み合わせて適宜使用することができる。工程(I)を行なった後に工程(II)を行なうことにより、次のような効果が得られる。すなわち、工程(I)において天然粗ワックス中に存在する樹脂状成分をワックス固形分中に意図的に取り込み、または不溶性高密度物質を添加してワックス固形分中に取り込むことにより、溶液とワックス固形分との密度差が増大し、固・液分離が容易になるため、使用する溶剤の量を少なくすることができる。一方、工程(I)を工程(II)の後に行なう場合には、上記の効果が得られないので、工程(I)において溶液の密度を下げ、ワックス固形分との密度差を広げて分離能力を上げるためには溶剤を大量に使用しなければならず、経済的に不利となる。

【0022】<工程(III)>前記工程(II)から溶剤に溶解したワックス溶液が得られるため、工程(III)においては、例えば蒸留あるいは冷却による析出などの常法により溶剤を分離・除去する。本工程を経ることにより精製ワックスが製造される。

【0023】

【実施例】以下に本発明を実施例により詳細に説明するが、本発明はこれらにより限定されるものではない。

<参考製造例> 砂糖黍粗ワックスの抽出

粗糖製造工程で砂糖黍を圧搾して絞り取った砂糖ジュースを静置し、ジュース上部に浮上してくる主として繊維分と油脂分からなる浮遊物を濾過分離して得られるフィルターケーキを真空恒温槽で乾燥し、乾燥ケーキを得た。この乾燥ケーキを、攪拌機、還流冷却器および加熱ヒーターを備えた容器に入れ、抽出溶媒としてn-ヘプタンを加え、攪拌しながら加熱して溶媒の還流温度で抽出した。抽出が終了した後、直ちに濾過を行ない、フィルターケーキを分離除去した。濾過液を静置して下層の水層を分離した後、ヘプタン層を蒸留し、溶媒を除去して深緑色の砂糖黍粗ワックスを得た。上記の砂糖黍粗ワックスのDSC(示差走査熱量分析)の結果では、67.0℃に主なピークが見られたほか、49℃と76℃にもピークが認められ、全体としてはブロードで融解温度範囲が広いことが判った。また、ガスクロマトグラフ分析の結果、ワックスとして不要な成分が約40%含まれていることが判った。

【0024】<実施例1>

工程(I): 還流冷却器、攪拌機および加熱ヒーターを備えた容器に上記参考製造例で得た砂糖黍粗ワックスを入れ、これに粗ワックスの酸価当量分の水酸化カルシウ

ムを秤り取って添加した。容器を加温してワックスを溶解し、水酸化カルシウムと反応させた後、溶剤としてエタノールをワックス重量に対して5倍量加え、加温を続けて溶剤を還流させながら1時間攪拌し、更にワックスを溶解した。ワックスが溶剤中に溶解したことを確認した後、緩速攪拌しながら冷却して温度を5℃まで下げ、更に室温で緩速攪拌しながら24時間放置した。ワックスが析出したスラリー状液を遠心分離機を用いて、1500Gの条件で10分間、固・液分離を行なった。このときワックス固形分中の溶剤残留量は72%であった。

得られたワックス固形分から蒸留で溶剤を除去し、精製砂糖黍ワックス(S)を得た。  
工程(II): 還流冷却器、攪拌機および加熱ヒーターを備えた容器に上記工程(I)で得た精製砂糖黍ワックス(S)を入れ、溶剤として2-プロパノールをワックスの5重量倍加え、加温して溶剤を還流させながら1時間攪拌し、ワックスを溶解した。このとき溶液中の温度はワックスの融点より4℃程度高い温度であった。ワックスが溶剤中に溶解したことを確認した後、温度を65~70℃に保ちながらこれを遠心分離機により2000Gの条件で、10分間分離を行った。沈降した水酸化カルシウム反応物を含む固形分とワックス溶液とをデカンテーションにより分取し、溶剤を蒸留で除去して精製砂糖黍ワックス(T)を得た。精製砂糖黍ワックス(T)のDSCの結果では、78.7℃に単一の鋭いピークが見られ、非常に融解性のシャープなワックスであることが判った。また、ガスクロマトグラフ分析の結果、ワックスとして不要な成分は5%以下であることが判った。更にワックスの酸価は7.0(mg-KOH/g-ワックス)であり、低酸価の天然ワックス精製品として優れた性状であった。

#### 【0025】<実施例2>

工程(I): 還流冷却器、攪拌機および加熱ヒーターを備えた容器に前記参考製造例で得た砂糖黍粗ワックスを入れ、これに粗ワックスの10重量%の酸化アルミニウムを秤り取って添加した。容器を加温してワックスを

溶解し、真空ポンプで約20mmHgに吸引しながら酸化アルミニウムと混合した後、溶剤として2-プロパノールをワックス重量に対して5倍量加え、加温を続けて溶剤を還流させながら1時間攪拌し、更にワックスを溶解した。ワックスが溶剤中に溶解したことを確認した後、緩速攪拌しながら冷却して温度を5℃まで下げ、更に室温で緩速攪拌しながら24時間放置した。ワックスが析出したスラリー状液を遠心分離機を用いて、2000Gの条件で10分間、固・液分離を行なった。このときワックス固形分中の溶剤残留量は71%であった。得られたワックス固形分から蒸留で溶剤を除去し、精製砂糖黍ワックス(U)を得た。

工程(II): 還流冷却器、攪拌機および加熱ヒーターを備えた容器に上記工程(I)で得た精製砂糖黍ワックス(U)を入れ、溶剤として2-プロパノールをワックスの5重量倍加え、加温して溶剤を還流させながら1時間攪拌し、ワックスを溶解した。このとき溶液中の温度はワックスの融点より5℃程度高い温度であった。ワックスが溶剤中に溶解したことを確認した後、温度を65~70℃に保ちながらこれを遠心分離機により2000Gの条件で、10分間分離を行った。沈降した酸化アルミニウムを含む固形分とワックス溶液とをデカンテーションにより分取し、溶剤を蒸留で除去して精製砂糖黍ワックス(V)を得た。精製砂糖黍ワックス(V)のDSCの結果では、79.3℃に単一の鋭いピークが見られ、非常に融解性のシャープなワックスであることが判った。また、ガスクロマトグラフ分析の結果、ワックスとして不要な成分は5%以下であることが判った。更にワックスの色相は黄色であり、天然ワックスとして優れた色相であった。

#### 【0026】

【発明の効果】本発明の工程(I)を行い、次いで工程(II)を行う精製操作を用いることにより、天然粗ワックス中の不要成分を効果的に除去することができ、非常に優れたワックスを得ることができる。